

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-160166

(43) 公開日 平成11年(1999) 6月18日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

F I

G 0 1 K 15/00

G 0 1 K 15/00

11/00

11/00

Z

H 0 1 L 21/66

H 0 1 L 21/66

T

審査請求 未請求 請求項の数 8 F D (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平9-344139

(22) 出願日 平成9年(1997)11月27日

(71) 出願人 000000295

沖電気工業株式会社

東京都港区虎ノ門1丁目7番12号

(72) 発明者 田中 宏幸

東京都港区虎ノ門1丁目7番12号 沖電気
工業株式会社内

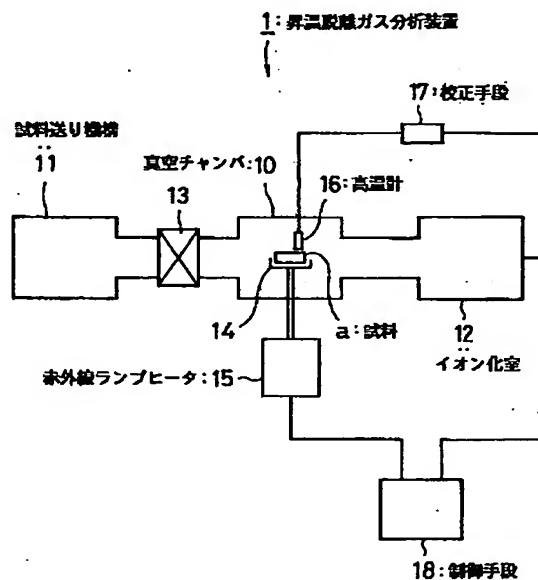
(74) 代理人 弁理士 萩原 康司 (外2名)

(54) 【発明の名称】 高温計の校正方法及び校正装置

(57) 【要約】

【課題】 昇温脱離ガス分析装置などに利用される高温計の測定温度を正確に校正できる手段を提供する。

【解決手段】 所定の相転移温度 T_1 (T_2) で相転移 (もしくは再結晶) する物質 a を高温計16で温度を測定しながら昇温させて相転移 (もしくは再結晶) させ、該相転移 (もしくは再結晶) を生じた時に高温計16で測定した温度 T_1' (T_2') が所定の相転移温度 T_1 (T_2) となるように校正する。



N-1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 所定の相転移 T_1 で相転移する物質を高温計で温度を測定しながら昇温させて相転移させ、該相転移を生じた時に高温計で測定した温度 T_1' が前記所定の相転移温度 T_1 となるように校正することを特徴とする高温計の校正方法。

【請求項2】 前記物質が $TiSi_2$ であり、前記相転移がC49構造からC54構造への相転移であることを特徴とする請求項1に記載の高温計の校正方法。

【請求項3】 前記物質に不純物を注入しておき、昇温に伴う該物質からの不純物の脱離がピークとなった時に前記高温計で測定される温度 T_1' が前記所定の相転移 T_1 となるように校正することを特徴とする請求項1又は2に記載の高温計の校正方法。

【請求項4】 所定の再結晶温度 T_2 で再結晶する物質を高温計で温度を測定しながら昇温させて再結晶させ、該再結晶した時に高温計で測定した温度 T_2' が前記所定の再結晶温度 T_2 となるように校正することを特徴とする高温計の校正方法。

【請求項5】 前記物質が Si であり、前記再結晶がアモルファス Si から結晶 Si への再結晶であることを特徴とする請求項4に記載の高温計の校正方法。

【請求項6】 前記物質に不純物を注入しておき、昇温に伴う該物質からの不純物の脱離がピークとなった時に前記高温計で測定される温度 T_2' が前記所定の再結晶温度 T_2 となるように校正することを特徴とする請求項4又は5に記載の高温計の校正方法。

【請求項7】 不純物が注入された所定の相転移温度 T_1 で相転移する物質を昇温させる加熱手段と、昇温に伴う該物質からの不純物の脱離のピークを検知する検知手段と、該検知手段によって不純物の脱離のピークを検知した時に高温計で測定される温度 T_1' が前記所定の相転移温度 T_1 となるように校正する校正手段とを備えることを特徴とする高温計の校正装置。

【請求項8】 不純物が注入された所定の再結晶温度 T_2 で再結晶する物質を昇温させる加熱手段と、昇温に伴う該物質からの不純物の脱離のピークを検知する検知手段と、該検知手段によって不純物の脱離のピークを検知した時に高温計で測定される温度 T_2' が前記所定の再結晶温度 T_2 となるように校正する校正手段とを備えることを特徴とする高温計の校正装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、高温計（パイロメータ）の測定温度を正確な温度に校正する方法と装置に関する。

【0002】

【従来の技術】 半導体装置の製造において、例えばシリコン基板の表面に成膜された膜や膜中に含まれている不純物などを分析するために、昇温脱離ガス分析装置（ T

AS装置）が用いられている。この昇温脱離ガス分析装置では、真空チャンバ内にて試料を高温に加熱し、膜中から脱離したガスを分析する。加熱により熱エネルギーを得た試料表面近傍の吸着分子、原子は、吸着力の弱いものから順次試料表面から脱離するので、ガスの脱離は真空チャンバ内の圧力上昇により検知でき、脱離したガスを質量分析することにより、試料表面の吸着状態、表面吸着ガス、試料内に含まれた不純物等の情報を得ることができる。

【0003】 ここで図5に、従来の昇温脱離ガス分析装置100のシステム概要を示す。真空チャンバ101の内部には、シリコン基板の表面に所望の物質を成膜形成した試料 a' を載置させる載置台102が設けられている。試料送り機構103からゲートバルブ104を介してこの真空チャンバ101内に設けられた載置台102の上に試料 a' が載置される。また、載置台102上に載置された試料 a' に赤外線ランプヒータ105から赤外線が照射されて、高温まで加熱を行うようになっている。この加熱によって試料 a' 表面の膜中（物質中）から発生したガスはイオン化室106に導入され、質量分析されることにより、種類が判別される。また、試料 a' の加熱温度は例えば熱電対や白金温度計、放射温度計などからなる高温計107で測定され、脱離ガスに関する情報と共に制御手段108に入力される構成になっている。このような昇温脱離ガス分析装置の一例は、例えば文献「真空、第34巻、第11号（1991）」のp. 83に記載されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、従来の高温計は測定温度を正確に校正する手段を備えていなかった。このため、上記のように昇温脱離ガス分析装置によって分析を行う際に、試料の加熱温度を正確に制御することが困難な場合があった。昇温脱離ガス分析を行う際に試料の加熱温度を正確に制御できなければ、試料を所望の温度に加熱し難く、適切な分析ができなくなってしまう。

【0005】 従って本発明の目的は、昇温脱離ガス分析装置などに利用される高温計の測定温度を正確に校正できる手段を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】 この目的を達成するために、請求項1の発明は、所定の相転移温度 T_1 で相転移する物質を高温計で温度を測定しながら昇温させて相転移させ、該相転移を生じた時に高温計で測定した温度 T_1' が前記所定の相転移温度 T_1 となるように校正することを特徴とする高温計の校正方法である。この請求項1の方法において、請求項2に記載したように、前記物質は例えば $TiSi_2$ とし、前記相転移をC49構造からC54構造への相転移によって検出することができる。また、請求項3に記載したように、前記物質に不純

物を注入しておき、昇温に伴う該物質からの不純物の脱離がピークとなった時に前記高温計で測定される温度 $T1'$ が前記所定の相転移温度 $T1$ となるように校正するようにしても良い。

【0007】請求項4の発明は、所定の再結晶温度 $T2$ で再結晶する物質を高温計で温度を測定しながら昇温させて再結晶させ、該再結晶した時に高温計で測定した温度 $T2'$ が前記所定の再結晶温度 $T2$ となるように校正することを特徴とする高温計の校正方法である。この請求項4の方法において、請求項5に記載したように、前記物質を Si とし、前記再結晶をアモルファス Si から結晶 Si への再結晶によって検出することができる。また、請求項6に記載したように、前記物質に不純物を注入しておき、昇温に伴う該物質からの不純物の脱離がピークとなった時に前記高温計で測定される温度 $T2'$ が前記所定の再結晶温度 $T2$ となるように校正するようにしても良い。その場合、前記物質を真空チャンバ内で昇温させ、該真空チャンバ内の圧力上昇によって前記再結晶を検知するようにしても良い。

【0008】請求項7の発明は、不純物が注入された所定の相転移温度 $T1$ で相転移する物質を昇温させる加熱手段と、昇温に伴う該物質からの不純物の脱離のピークを検知する検知手段と、該検知手段によって不純物の脱離のピークを検知した時に高温計で測定される温度 $T1'$ が前記所定の相転移温度 $T1$ となるように校正する校正手段とを備えることを特徴とする高温計の校正装置である。

【0009】請求項8の発明は、不純物が注入された所定の再結晶温度 $T2$ で再結晶する物質を昇温させる加熱手段と、昇温に伴う該物質からの不純物の脱離のピークを検知する検知手段と、該検知手段によって不純物の脱離のピークを検知した時に高温計で測定される温度 $T2'$ が前記所定の再結晶温度 $T2$ となるように校正する校正手段とを備えることを特徴とする高温計の校正装置である。

【0010】

【発明の実施の形態】以下、本発明の好ましい実施の形態を図面に基づいて説明する。図1は、本発明の実施の形態にかかる校正装置を備えた昇温脱離ガス分析装置1のシステム概要を示すブロック図である。

【0011】真空チャンバ10に隣接して試料送り機構11とイオン化室12が配置されている。真空チャンバ10と試料送り機構11の間には気密性を保つためのゲートバルブ13が設けられている。真空チャンバ10の内部には、シリコン基板の表面に所望の物質を成膜して形成した試料aを載置させる載置台14が設けられており、試料送り機構11からゲートバルブ13を介して真空チャンバ10内に搬入された試料aがこの載置台14の上に載置されるようになっている。なお試料aは、例えばシリコン基板の表面に不純物としてを注入した Ti

Si_2 からなる層を成膜形成したもの、あるいはシリコン基板の表面に不純物として BF_3 を注入してアモルファス Si からなる層を成膜形成したもの、などである。

【0012】真空チャンバ10の下方には、こうして載置台14上に載置された試料aに赤外線を照射して高温度まで加熱する赤外線ランプヒータ15が設けられている。この加熱によって試料a表面の膜中から発生したガスはイオン化室12に導入され、質量分析されるようになっている。また、載置台14上に載置された試料a表面の温度を測定するための高温計16が設けられている。高温計16は例えば熱電対や白金温度計、放射温度計などからなり、この高温計16で測定された温度は、校正手段17にて正確な温度に校正された後、イオン化室12にて分析された物質aに関する情報と共に制御手段18に入力される構成になっている。校正手段17には、試料aの表面に成膜形成された物質の相転移温度 $T1$ や再結晶温度 $T2$ （例えば $TiSi_2$ がC49構造からC54構造へ相転移する温度 $T1$ やアモルファス Si から結晶 Si へ再結晶する温度 $T2$ ）が設定されている。

【0013】さて、以上のように構成された昇温脱離ガス分析装置1において、高温計16を校正する方法を図2に従って説明する。まず予め、試料送り機構11の内部と、真空チャンバ10及びイオン化室12の内部が真空中に減圧される。そして、減圧下においてゲートバルブ13が開き、試料送り機構11から真空チャンバ10内に試料aが搬入され、試料aは載置台14上に載置される（S1）。この場合、試料aは例えばシリコン基板の表面に不純物として水素を注入した $TiSi_2$ からなる層を成膜形成したもの、あるいはシリコン基板の表面に BF_3 を注入してアモルファス Si からなる層を成膜形成したもの、などである。

【0014】次に、赤外線ランプヒータ15により、試料aに赤外線が照射され、試料aは高温度まで加熱される（S2）。この加熱を行いながら、試料aの表面に成膜形成された物質の温度を高温計16によって測定する。そして、加熱によって試料a表面の膜中から脱離した不純物ガス（例えば水素ガスなど）はイオン化室12に導入され、質量分析される（S3）。

【0015】ここで、試料aが例えばシリコン基板の表面に不純物として水素を注入した $TiSi_2$ からなる層を成膜形成したものである場合であれば、 $TiSi_2$ は所定の相転移温度 $T1$ （約 $740^{\circ}C$ ）でC49構造からC54構造へ相転移し、この相転移する際に、層中から脱離ガス（水素ガス）が最も多く発生する。そこで、イオン化室12において質量分析を行いながら、脱離ガスのピークを生じたときの高温計16によって測定される温度 $T1'$ を校正手段17に入力する（S4）。

【0016】次に、校正手段17では、こうして入力された温度 $T1'$ と予め設定されて $TiSi_2$ の相転移温

度 T_1 とが比較され、相転移を生じた時に高温計16で測定される温度 T_1' が相転移温度 T_1 となるように校正が行われる(S5)。そして、校正が行われた後の正確な温度がイオン化室12にて分析された物質aに関する情報と共に制御手段18に入力される(S6)。

【0017】また一方、試料aが例えばシリコン基板の表面に BF_2^+ を注入してアモルファスSiからなる層を成膜形成したものである場合であれば、アモルファスSiは所定の相転移温度 T_2 (約 $550^\circ C$)で再結晶し、この再結晶する際に、層中から脱離ガス(水素ガスなど)が最も多く発生する。そこで、イオン化室12において質量分析を行いながら、脱離ガスのピークを生じたときの高温計16によって測定される温度 T_2' を校正手段17に入力する(S4)。

【0018】次に、校正手段17では、こうして入力された温度 T_2' と予め設定されてTiSi₂の再結晶温度 T_2 とが比較され、再結晶を生じた時に高温計16で測定される温度 T_2' が再結晶温度 T_2 となるように校正が行われる(S5)。そして、校正が行われた後の正確な温度がイオン化室12にて分析された物質aに関する情報と共に制御手段18に入力される(S6)。

【0019】以上のようにこの実施の形態によれば、相転移温度や再結晶温度が既知の物質(TiSi₂やアモルファスSiなど)を利用することにより、高温計の校正を容易に行うことができるようになる。なお、昇温脱離ガス分析装置に基づいて説明したが、本発明はその他、半導体製造工程に用いるCVD装置、スパッタ装置、エッチング装置など、真空チャンバを用い、かつチャンバ内で昇温を行う装置の温度校正にも好適に適用できる。また実施の形態では、TiSi₂やアモルファスSiなどといった単一物質の変態(相転移や再結晶)に伴う脱離ガスのピークを検出することにより温度校正を行ったが、反応温度が既知な2種以上の物質の反応、例えばTiとSiの反応によってC49構造のTiSi₂を形成する際に発生する脱離ガスを検出することなどによって温度校正を行うことも可能である。更に、上記実施の形態では、脱離ガスを検出することにより校正を行っているが、不純物ガスの脱離に伴い真空チャンバ内の圧力が変化するので、その圧力変化を測定して脱離ガスのピークを検出し、温度校正するようにしても良い。

【0020】

【実施例】次に、本発明の実施例を行った。先ず第1の実施例として、Si基板上に膜厚40nmのC49構造のTiSi₂を成膜形成して試料を作成した。この試料を $120^\circ C$ /分で昇温脱離ガス分析装置内で昇温させ、脱離した水素ガスを質量分析計で調べた。試料表面のTiSi₂の温度は熱電対によって測定した。この第1の実施例の水素(M/e=2)の脱離スペクトルを図3に示す。熱伝対による測定値 $680^\circ C$ のときに水素の脱離ピークを示している。実施例1のTiSi₂は $680^\circ C$

でC49構造からC54構造へ相転移することが知られている。この試料表面をX線回折した結果、上記脱離温度前後でTiSi₂の相がC49構造からC54構造へ変わっていた。上記脱離ピークがTiSi₂の相転移によるものであり、熱伝対による測定値 $680^\circ C$ が正しいものであることがわかる。

【0021】次に第2の実施例として、Si基板に BF_2^+ を $60 keV$ のイオン注入法により $50 \times 10^{15} ions/cm^2$ 打ち込むことで、基板表面をアモルファス化し、試料を作成した。この試料を $120^\circ C$ /分で昇温脱離ガス分析装置内で昇温させ、脱離した水素ガスを質量分析計で調べた。試料表面の温度を熱電対によって測定した。この第2の実施例の水素(M/e=2)、 BF_3^+ (M/e=33)、及びSiF₃⁺(M/e=85)の脱離スペクトルを図4に示す。熱伝対での測定値 $550^\circ C$ にそれぞれの脱離ピークを示している。アモルファスSiは $550^\circ C$ で再結晶することが知られている。この試料表面を反射高速電子線回折した結果、上記脱離温度前後でアモルファスからSi結晶へ変わっていた。上記脱離ピークがSiの再結晶によるものであり、熱伝対による測定値 $550^\circ C$ が正しいものであることがわかる。

【0022】

【発明の効果】本発明によれば、昇温脱離ガス分析装置や、その他の半導体製造工程に用いるCVD装置、スパッタ装置、エッチング装置などといった真空チャンバを用い、かつチャンバ内で昇温を行う装置などにおいて、高温計の測定温度を正しく校正することが可能となる。このため、試料を所望の温度に正確に加熱することができるようになる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施の形態にかかる校正装置を備えた昇温脱離ガス分析装置のシステム概要を示すブロック図である。

【図2】高温計を校正する方法を説明するためのフローチャートである。

【図3】実施例1にかかるC49構造のTiSi₂の昇温脱離スペクトルを示すグラフである。

【図4】実施例2にかかる BF_2^+ をイオン注入したSi表面の昇温脱離スペクトルを示すグラフである。

【図5】従来の昇温脱離ガス分析装置のシステム概要を示すブロック図である。

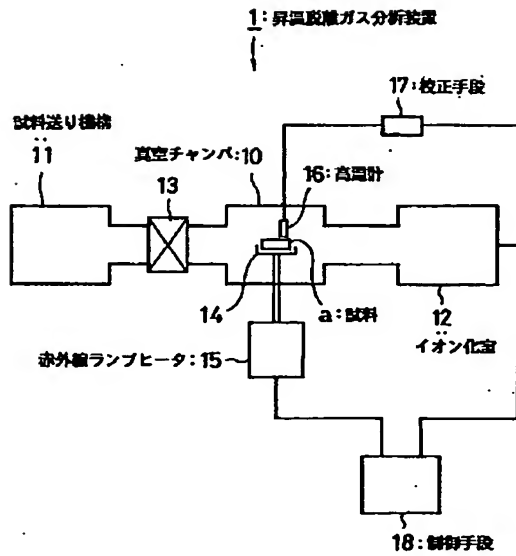
【符号の説明】

- a 試料
- 1 昇温脱離ガス分析装置
- 10 真空チャンバ
- 11 試料送り機構
- 12 イオン化室
- 13 ゲートバルブ
- 14 載置台
- 15 赤外線ランプヒータ

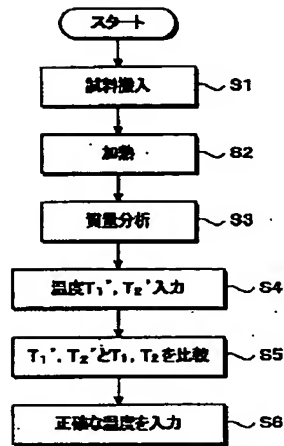
16 高温計
17 校正手段

18 制御手段

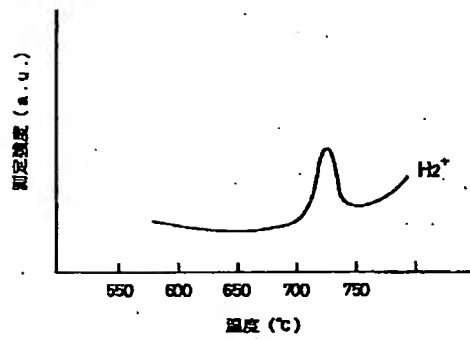
【図1】



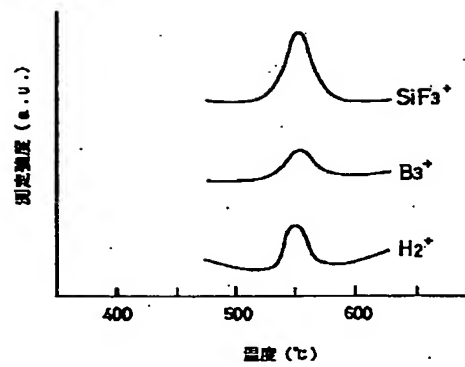
【図2】



【図3】



【図4】



【図5】

